



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(21) PI 0720454-0 A2**



(22) Data de Depósito: 06/12/2007  
(43) Data da Publicação: 14/01/2014  
(RPI 2245)

**(51) Int.Cl.:**  
C04B 35/01  
C04B 35/14  
C04B 35/46  
C04B 35/48

**(54) Título:** MÉTODO PARA A FABRICAÇÃO DE CORPOS MOLDADOS DE ELEVADA PUREZA, ESTÁVEIS E LIVRES DE LIGANTES, FEITOS DE ÓXIDOS METÁLICOS, ESPECIALMENTE ÓXIDOS METÁLICOS PIROGÊNICOS, E SEU USO

**(57) Resumo:**

**(30) Prioridade Unionista:** 13/12/2006 DE 10 2006 058 799.5

**(73) Titular(es):** Wacker Chemie AG

**(72) Inventor(es):** Holger Szillat

**(74) Procurador(es):** Dannemann, Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

**(86) Pedido Internacional:** PCT EP2007063383 de 06/12/2007

**(87) Publicação Internacional:** WO 2008/071612 de 19/06/2008

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"MÉTODO PARA A FABRICAÇÃO DE CORPOS MOLDADOS DE ELEVADA PUREZA, ESTAVÉIS E LIVRES DE LIGANTES, FEITOS DE ÓXIDOS METÁLICOS, ESPECIALMENTE ÓXIDOS METÁLICOS PIROGÊNICOS, E SEU USO"**.

A presente invenção refere-se à fabricação de corpos moldados de elevada pureza, estáveis e livres de ligantes, feitos de óxidos metálicos, especialmente óxidos metálicos pirogênicos e ao seu uso.

Óxidos metálicos pirogênicos destacam-se por uma divisão extremamente fina, por superfícies altamente específicas, partículas primárias esféricas, definidas, com química de superfície definida e por superfícies internas não presentes (poros). Além disso, eles se destacam por uma pureza química extremamente elevada.

Diante do background das propriedades há pouco esboçadas, os dióxidos de silício pirogênicos, por exemplo, vêm ganhando cada vez mais interesse enquanto suporte para catalisadores *D. Koth, H. Ferch, Chem. Ing. Techn. 52, 628 (1980)*.

Devido à divisão especialmente fina dos óxidos metálicos pirogênicos, a fabricação de corpos moldados se mostrou difícil a partir desses óxidos metálicos pirogênicos. A fabricação de corpos moldados feitos de pó de óxido metálico em geral é feita através de prensagem ou extrusão mediante utilização de ligantes e agentes antigripantes para obter corpos moldados estáveis. No caso dos ligantes e agentes antigripantes, trata-se de aditivos inorgânicos ou orgânicos.

Aditivos inorgânicos, como por exemplo estearato de magnésio, restam na forma de compostos inorgânicos, como por exemplo óxido de magnésio, nos corpos moldados fabricados. Aditivos orgânicos também podem provocar no processo de fabricação dos corpos moldados impurezas, como carbono. A pureza extremamente elevada desejada dos óxidos metálicos pirogênicos utilizados, como por exemplo  $\text{SiO}_2$ , se perde nos corpos moldados fabricados.

Uma outra fonte de contaminação é o processo de fabricação

propriamente dito. É conhecido, que através da etapa de processo, como por exemplo moagem, sejam produzidas impurezas através de atrito no recipiente de moagem, ferramenta de moagem e esferas de moagem, e de serem transferidas para o produto de moagem. Isso ocorre quando recipientes de moagem, ferramenta de moagem e esferas de moagem são feitos de matérias rígid

5  
rias rígid

os, como por exemplo  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{ZrSiO}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , e portanto, podemos dizer que se trata no caso dos óxidos metálicos pirogênicos, em grande parte de materiais com uma elevada dureza de grão individual, como por exemplo óxido de alumínio, dióxido de silício, dióxido de titânio e dióxido de zircônio.

10

A publicação EP 72390 descreve a fabricação de peças prensadas feitas de uma mistura de óxidos metálicos pirogênicos, água, sol de sílica e de um agente auxiliar de prensagem. Como agente auxiliar, é utilizado um álcool multifuncional (p.Ex glicerina).

É conhecido a partir do documento EP 327722 misturar dióxido de silício pirogênico com caolina e/ou grafite, açúcar, amido, uréia, cera em água. A fabricação das peças prensadas pode ser feita mediante aplicação de prensas de estampagem, prensas excêntricas, prensas para extrusão, prensas rotativas ou compactores. De acordo com a publicação EP 327815, o procedimento é análogo, porém ao invés de dióxido de silício pirogênico é empregado dióxido de silício pirogênico/óxido misto de óxido-óxido de alumínio.

15  
20

Na publicação EP 393356 é descrita a fabricação de peças prensadas feitas de dióxido de silício, uréia, metilcelulose e/ou estearato de magnésio, grafite, estearato de alumínio e água.

25

A publicação EP 807615 apresenta um método para a fabricação de peças prensadas, consistindo em dióxido de silício pirogênico, metilcelulose, microceras e polietilenoglicol e água. As peças prensadas apresentam teores habituais de 50 a 90 % em peso de dióxido de silício, 0,1 a 20% em peso de metilcelulose e 0,1 a 15% em peso de microceras e 0,1 a 15% em peso de polietilenoglicol.

30

O documento EP 916402 descreve a fabricação de extrudados

com um volume de poros de 0,5 a 1,8 ml/g feitos de dióxido de silício pirogênico. A mistura de partida contém água e dióxido de silício pirogênico, sob adição de metilhidroxietilcelulose, cera e polietilenoglicol. A massa obtida pela mistura é moldada em uma extrusora helicoidal formando extrudados.

5 O documento DE OS 10247314 divulga corpos moldados a base de dióxido de silício e/ou dióxido de titânio, que contém adicionalmente fibras de vidro. Os corpos moldados são fabricados ao serem homogeneizados dióxido de silício em pó e/ou dióxido de titânio com fibras de vidro, metilhidroxipropilcelulose, emulsão de cera ou polietilenoglicol, polisacarídeo e óxi-  
10 do de polietileno sob adição de água. A massa resultante é moldada formando extrudados.

É conhecido a partir do documento 3912504 um método para a fabricação de peças prensadas a base de ácido silícico pirogênico, no qual é empregado estearato de alumínio, de magnésio e/ou grafite como agente  
15 antigripante e uréia assim como metilcelulose como formadores de poros.

De acordo com o documento DE4142898 é possível fabricar corpos moldados estáveis feitos de ácido silícico e solução de amoníaco aquosa-alcoólica. Uma solução de amoníaco puramente aquosa, em contrapartida, não produz bons resultados. Através do elevado teor de solução de  
20 amoníaco aquosa-alcoolica a mistura a ser moldada é fortemente alcalinizada. O uso de álcool implica no risco de contaminação por Carbono para os suportes de catalisador resultantes. Conforme DE4142902 corpos moldados estáveis feitos de ácido silícico e solução de amoníaco ou de ácido silício pirogênico esol de silício com teor de metal alcalino só podem ser obtidos,  
25 se as peças moldadas forem submetidas a tratamento hidrotermico. No caso da adição de amoníaco, a mistura, por sua vez, é extremamente alcalinizada. É conhecido que esse excesso de base (pH >10) provoca a dissolução parcial de SiO<sub>2</sub>.

Os documentos mencionados no estado da técnica mostram que  
30 a fabricação de corpos moldados estáveis não é possível até então sem aditivos metálicos ou orgânicos, ou sem etapas de solidificação adicionais. Por essa razão, na área de materiais de suporte para aplicações catalíticas, são

conhecidos somente corpos moldados que apresentam um teor significativo de contaminações. Como exemplo podemos citar os documentos de patente US2004106835 e WO2006052688. De acordo com o documento US2004106835 a soma de impurezas através dos elementos Mg, Ca, Na, Al, e Fe em um suporte para catalisador SiO<sub>2</sub> é no melhor dos casos 407 ppm. O suporte SiO<sub>2</sub> fabricável com auxílio do documento de patente WO2006052688 contém menos do que 150 ppm Mg, 900 ppm Ca, 900 ppm Na, 200 ppm Al e 40 ppm Fe.

É tarefa da invenção, melhorar o estado da técnica e disponibilizar um método para a fabricação de corpos moldados a base de óxidos metálicos, especialmente de óxidos metálicos pirogênicos, tais como SiO<sub>2</sub> pirogênico, assim como corpos moldados, que apresentam menos impurezas possível de metais, carbono, fósforo e enxofre e possuem uma elevada resistência.

É objeto da invenção um método para a fabricação de corpos moldados feitos de um ou vários óxidos metálicos, caracterizado pelo fato de pelo menos um óxido metálico ser previamente disperso em água e em seguida finamente disperso e essa dispersão submetida a uma alteração do valor do pH, e então feita uma moldagem e secagem subsequente.

Preferivelmente, no caso do método de acordo com a invenção, para a fabricação de corpos moldados feitos de um ou vários óxidos metálicos, o procedimento adotado é de que a soma de impurezas (todos os outros metais assim como carbono e fósforo e enxofre) no corpo moldado seja inferior a 400 ppm.

Para a fabricação do óxido metálico pirogênico, um composto metálico volátil, como por exemplo haleto de metal ou um composto organometálico, é injetado em uma chama de gás oxídrico feito de hidrogênio e ar. Essa substância hidroliza sob a interferência da água formada durante a reação do gás oxídrico, formando o óxido metálico. O óxido metálico se forma após deixar a chama em uma zona de coagulação na qual as partículas primárias e agregados primários se aglomeram.

Os óxidos metálicos pirogênicos de grão fino amorfos, como por

exemplo  $\text{SiO}_2$  pirogênico, apresentam tamanhos de agregado de 100 nm a 500 nm, medidos com dispersão da luz dinâmica. Esses óxidos metálicos apresentam uma superfície BET entre 30 a 500  $\text{m}^2/\text{g}$ , preferivelmente entre 150 a 450  $\text{m}^2/\text{g}$ , totalmente especialmente preferivelmente entre 300 e 400  $\text{m}^2/\text{g}$ . As partículas de óxido metálico situam-se na forma de elevada pureza, ou seja, preferivelmente com uma porção de átomo estranho especialmente em metais, de  $\leq 15$  ppmw (partes por milhão em peso).

Preferivelmente, a fabricação de óxido metálico pirogênico de elevada pureza é feita nos moldes da publicação DE 10211958.

O segundo documento refere-se à fabricação de uma dispersão de elevada pureza mediante dispersão do pó de óxido metálico em água. Uma dispersão homogeneia no sentido da invenção ocorre se a dispersão for preferivelmente o mais livre possível de aglomerados não dispersos. Na presente invenção, a porcentagem de aglomerados com diâmetros superiores a 600 nm na dispersão é menor do que 10%, preferivelmente menor do que 1%, especialmente preferivelmente menor do que 0,1%, medida pela dispersão de luz dinâmica em uma dispersão a 0,3%. Os aglomerados não dispersos produzem inhomogeneidades na estrutura cerâmica posterior da respectiva aplicação, por exemplo como suporte de catalisador. No caso das inhomogeneidades, pode se tratar por exemplo de inhomogeneidades de densidade ou inhomogeneidades na distribuição do diâmetro de poros.

A dispersão, neste caso, é feita com auxílio de diferentes aparelhos de dispersão. O pó de óxido metálico é primeiramente misturado mediante agitação com auxílio de um disco dispersador planetário em água, e a uma velocidade circunferencial de pelo menos 5 m/s, é posteriormente agitado preferivelmente a pelo menos 8 m/s, por pelo menos 25 minutos. Neste caso, trata-se de uma dispersão preliminar. A molhagem do pó de óxido metálico através de água já deve ser neste caso completa. A dispersão fina subsequente serve para a fragmentação de partículas, agregados e aglomerados, e é feita, por exemplo, por meio de dispersadores, células de fluxo por ultrassom, dispersadores planetários, moinho a jato úmido ou moinho de esfera executado em elevada pureza, durante pelo menos 25 minutos. A disper-

são fina subsequente serve para a fragmentação de partículas, agregados e aglomerados e é feita, por exemplo, por meio de dispersadores, células de fluxo por ultrassom, dispersadores planetários, moinhos a jato úmido ou moinhos de esfera executados com elevada pureza por pelo menos 25 minutos.

5 A dispersão por meio de dispersadores, células de fluxo por ultrassom, dispersadores planetários ou moinhos a jato úmido é finamente dispersa por pelo menos 25 minutos. A dispersão é especialmente preferivelmente finamente dispersa por meio de dispersador ou dispersador planetário por pelo menos 25 minutos a uma velocidade circunferencial dos discos dispersadores de pelo menos 10 m/s.

É decisivo para não ocorrer atrito durante o processo de dispersão, evitar ou executar com elevada pureza superfícies de contato entre dispersão e ferramenta de dispersão. Formas de execução com elevada pureza podem ser por exemplo, o uso de discos dispersadores, esferas de moagem e geradores ultrassônicos feitos de vidro de quartzo ou ferramenta planetária

15 e geradores ultrassônicos feitos de vidro de quartzo ou ferramenta planetária revestida com um material plástico rígido de elevada pureza. O uso de esferas de moagem óxido-cerâmicas, como por exemplo  $ZrO_2$ ,  $ZrSiO_4$  ou  $Al_2O_3$ , como ferramenta de moagem é descartado. Em contrapartida, podem ser usadas esferas de moagem especialmente rígidas e não críticas, como por

20 exemplo de carbeto de tungstênio, carbeto de silício ou nitreto de silício. Se for utilizado o princípio da moagem de alta energia por meio de moinho a jato úmido, então será descartada uma contaminação por definição. De acordo com esse princípio são fluxos de dispersão previamente dispersos sob elevada pressão são descarregados através de uma matriz de extrusão. Os

25 fluxos se chocam entre si e as próprias partículas se trituram.

Uma baixa viscosidade (p.ex.  $< 2 \text{ Pa s}$ ) e limite de fluxo são importantes para uma dispersão ideal das partículas de matéria sólida e uma dispersão homogênea. Esses podem ser obtidos mediante alteração do valor do pH. No caso de óxido metálico pirogênico, isso pode ocorrer mediante

30 adição de um ácido.

As dispersões podem ser liberadas de outras partículas grossas dispersáveis, não molhadas ao final da operação de dispersão inclusive por

peneiramento.

Para o método, de acordo com a invenção, é utilizada água como agente dispersante para partículas de óxido metálico. Solventes orgânicos estão descartados devido ao risco da contaminação por carbono. A água é especialmente preferivelmente empregada na forma de elevada pureza (Fe < 2ppb), tal como por exemplo, pode ser obtida de acordo com o método conhecido na literatura científica ou está comercialmente disponível. É preferivelmente empregada água purificada, que apresenta uma resistência de  $\geq 18$  MegaOhm\*cm.

A dispersão apresenta uma porcentagem de partículas de óxido metálico entre preferivelmente 5 e 40% em peso, preferivelmente entre 10 e 30% em peso, e especialmente preferivelmente entre 15 e 25% em peso. Se como moldagem por executada a prensagem em tabletes, será selecionado um teor de matéria sólida bem mais elevado até 100% em peso. Se as partículas de óxido metálico pirogênico forem misturadas á partículas de óxido metálico precipitadas, então, como no caso do ácido silícico de precipitação, o teor de sólidos na dispersão com relação ao limite máximo de uma dispersão exclusivamente de partículas de óxido metálico pirogênico em água poderá ser aumentado de 40% em peso para até 65% em peso. Neste caso, é preferido um teor de sólidos de 5% em peso a 65% em peso, especialmente preferivelmente de 15% em peso a 50% em peso, totalmente especialmente preferivelmente de 25% em peso a 35% em peso.

A terceira etapa de processo refere-se à coagulação da dispersão mediante alteração do valor do pH, preferivelmente através de um ajuste para um valor de pH de 5,0 a 10,0 ou de 5,0 a 7,5. O ajuste do valor de pH pode ser feito com auxílio de bases, como por exemplo NaOH, KOH, NH<sub>3</sub>. É especialmente preferivelmente utilizado neste caso NH<sub>3</sub>. A dispersão, mediante adição de NH<sub>3</sub>, pode ser transferida da sua faixa homogênea, estável e pouco viscosa para uma faixa, na qual a dispersão coagula e se solidifica. No estado coagulado podemos falar de um corpo moldado viscoelástico, ou seja, o módulo elástico  $G'$  é superior ao módulo de perda  $G''$ .

Surpreendentemente, verificou-se que a dispersão era preferi-

velmente adequada após pouca adição de  $\text{NH}_3$ , especialmente para uma moldagem. Uma razão típica de dióxido de silício pirogênico em relação à solução de  $\text{NH}_3$  a 1% é de 45 para 1. Dispersões de dióxido de silício pirogênico comercialmente disponíveis mostram normalmente, dependendo do

5 teor de sólidos, um pH de aprox. 3 a 5. Corpos moldados estáveis podem se formar quando a dispersão é ajustada para uma faixa de pH de preferivelmente 5,0 a 10,0, preferivelmente de 5,5 a 8,5, especialmente preferivelmente de 6,0 a 7,0, totalmente especialmente preferivelmente de 5,5 a 6,9 e totalmente especialmente preferivelmente de 6,0 a 6,4. Após o ajuste para o

10 valor de pH acima, a dispersão dá início sob agitação dentro de poucos minutos e forma-se uma massa moldável com comportamento viscoelástico.

Na medida em que se tratar de corpos moldados feitos de óxido metálico pirogênico, esses podem ocorrer com estabilidade suficiente, quando a dispersão é ajustada para uma faixa de pH de preferivelmente 5,0 a

15 7,5, preferivelmente de 6,5 a 7,5, especialmente preferivelmente de 7,0 a 7,5. No caso de corpos moldados feitos de dióxido de titânio pirogênico a estabilidade se mostra suficiente, quando a dispersão é ajustada a uma faixa de pH de preferivelmente 5,0 a 7,5, preferivelmente de 5,3 a 6,5, especialmente preferivelmente de 5,6 a 6,0. Se o objetivo for um corpo moldado es-

20 tável feito de dióxido de zircônio pirogênico, a dispersão será antecipadamente ajustada a uma faixa de pH de preferivelmente 5,0 a 7,5, preferivelmente de 5,1 a 6,0, especialmente preferivelmente de 5,3 a 5,7.

Comportamento viscoelástico significa que no caso de um ensaio de deformação reológica em oscilação o módulo elástico  $G'$  é maior do

25 que o módulo de perda  $G''$ . Os módulos  $G'$  e  $G''$  podem ser determinados, de acordo com a equação  $\tau = \gamma(t) * (G' \sin \omega t + G'' \cos \omega t)$ , sendo que  $\tau$  é a resposta de tensão da amostra à alteração temporal da deformação  $\gamma(t)$  em uma amplitude máxima  $\gamma_0$  e da velocidade angular  $\omega$ , ou seja  $\gamma(t) = \gamma_0 * \sin \omega t$ . A determinação das quantidades de  $G'$  e  $G''$  é feita, neste caso, na

30 faixa de plato do módulo elástico  $G'$ . O módulo elástico  $G'$  deve ser no sentido da invenção, de pelo menos 10000 Pa, preferivelmente de pelo menos 50000 Pa, e o quociente  $G'' / G'$  deve ser inferior a 1, preferivelmente inferior

a 0,55 e totalmente especialmente preferivelmente inferior a 0,25. O módulo respectivo foi medido por meio da geometria placa-placa com fenda de cisalhamento de 1,5 mm ou em uma outra forma de concretização de 2mm a uma temperatura de 23o C.

5                   A aplicação, de acordo com a invenção, da massa, de acordo com a invenção, destaca-se por uma estabilidade de longa duração do comportamento viscoelástico. Isso significa que o módulo elástico  $G'$  após um período longo de 1 semana a temperatura ambiente em um recipiente fechado, é reduzido a 90% do valor de partida, sendo que o módulo foi medido  
10 por meio de uma geometria placa-placa com uma fenda de cisalhamento de 1,5 mm ou em uma outra forma de concretização de 2,0 mm a uma temperatura de 23o C.

Na quarta etapa de processo é feita uma moldagem da massa, p.Ex. através extrusão preferivelmente, prensagem em tabletes ou prensa-  
15 gem. Neste caso, podem ser utilizados todos os equipamentos conhecidos pelo versado na técnica, como extrusora, máquina de prensagem em tabletes, extrusora de pistão. A geometria do corpo moldado resulta da ferramenta de moldagem respectivamente selecionada. Podem ser fabricadas geometrias tais como anéis, peletes, cilindros, rodas de carro, esferas etc. O  
20 comprimento de anéis e peletes é definido imediatamente após a moldagem mediante o uso de um dispositivo de corte.

Após a moldagem é realizada a secagem do corpo moldado, na quinta etapa de processo. Isso é feito por meio de métodos conhecidos pelo versado na técnica (câmara de secagem, aquecimento por Infra-Vermelho,  
25 microondas). A secagem é feita sob temperaturas entre preferivelmente 25o C e 200o C, preferivelmente entre 30o C e 100o C, totalmente especialmente preferivelmente entre 40oC e 80o C. O tempo de secagem depende da razão quantitativa de óxido metálico em relação à água, porém situa-se entre 2 e 24 horas.

30                   Após a secagem pode ser feita uma calcinação do corpo moldado, em uma última etapa, de acordo com métodos conhecidos pelo versado na técnica. É preferida uma calcinação em um forno sob atmosfera de ar.

Um outro gás pode ser misturado ao ar. Neste caso, podem ser utilizados diferentes gases de proteção. Como gás de proteção são indicados todos os gases de proteção conhecidos pelo versado na técnica, especialmente preferivelmente são nitrogênio, argônio ou hélio. O ar podem ser completamente substituído pelo gás de proteção. A calcinação é feita a temperaturas entre 500o C e 1250o C, preferivelmente entre 70oC e 1100o Ce especialmente preferivelmente entre 850o C e 1000o C. O tempo de calcinação situa-se entre 0,5 e 10 horas, uma duração de calcinação típica é de 2 horas. A operação de calcinação pode ser feita sob pressão normal ou sob vácuo.

10 Através da etapa de calcinação é reduzida a superfície do suporte de catalisador, que representa para o processo catalítico um importante parâmetro. Como porém os materiais de suporte, de acordo com a invenção, mostram uma estabilidade suficiente inclusive sem calcinação ou após calcinação a temperaturas baixas, devido à sua excelente homogeneidade, eles, 15 além da pureza mais elevada, dispõem também de superfícies de suporte e volumes de poros mais elevados em relação aos do estado da técnica.

Um outro objeto é um corpo moldado estável, livre de agente ligante, e de elevada pureza, feito de óxidos metálicos, caracterizado pelo fato de o corpo moldado apresentar preferivelmente uma soma de impurezas 20 (todos os metais assim como carbono e fósforo enxofre), inferior a 100 ppm, a resistência à compressão ser de pelo menos 2 N/mm<sup>2</sup> e a porcentagem de desprendimentos na presença d elíquidos ou gases é inferior a 5% em peso.

É caracterizado pelo fato de ele estar tanto no estado sinterizado como no estado verde livre de impurezas inorgânicas e orgânicas. A presente invenção refere-se a um corpo moldado estável, caracterizado pelo fato de o corpo moldado apresentar uma soma de impurezas (todos os metais assim como carbono e fósforo e enxofre), inferior a 400 ppm, preferivelmente inferior a 250 ppm, especialmente preferivelmente inferior a 100 ppm, total- 25 mente especialmente preferivelmente inferior a 50 ppm e totalmente especialmente preferivelmente inferior a 20 ppm. O corpo moldado apresenta ainda mais preferivelmente uma soma de impurezas (todos os metais assim como fósforo e enxofre e carbono) inferior a 10 ppm e o mais preferivelmente infe- 30

rior a 1 ppm.

Além disso, o corpo moldado, em uma forma de concretização preferida, é caracterizado pelo fato de a soma composta de enxofre e fósforo é preferivelmente de no máximo em 5ppm, preferivelmente no máximo 0,5 ppm. A contaminação por carbono situa-se preferivelmente abaixo de 50 ppm, preferivelmente abaixo de 1 ppm. O corpo moldado contém, além disso, impurezas de preferivelmente 80 ppm, somando todos os metais, preferivelmente no máximo 20 ppm.

Uma particularidade dessa invenção é o fato de apesar da elevada pureza da massa, o que normalmente produz uma baixa viscosidade, está present um comportamento viscoelástico. Diferentemente deste caso, de acordo com o estado da técnica, é conhecido o fato de que especialmente impurezas, adições ou agentes dopantes para um aumento da viscosidade e do comportamento viscoelástico. Neste caso, fazem parte entre outros os ligantes já citados, mas também impurezas metálicas. A massa e o corpo moldado são portanto livres de ligantes inorgânico-/orgânico-químicos, como por exemplo glicerina, caolina, açúcar, amido, uréia, cera, metilcelulose, estearato de magnésio, grafite, estearato de alumínio, polietilenoglicol, óxido de polietileno.

É igualmente importante que o corpo moldado mantenha no momento da fabricação seu formato definido pela ferramenta de moldar. Deformações durante e imediatamente após a moldagem, produzem diferenças de densidade e tensões, que acarretam durante o processo de secagem e de sinterização defeitos (desprendimentos, pó fino) no corpo moldado. Os suportes fabricados apresentam, de acordo com a invenção, uma porcentagem de desprendimentos preferivelmente inferior a 5% em peso, preferivelmente inferior a 1% em peso e totalmente especialmente preferivelmente inferior a 0,5% em peso.

O corpo moldado, de acordo com a invenção, pode ser utilizado em geral em todos os métodos ou etapas de trabalho conhecidos pelo versado na técnica, nos quais são desejadas as propriedades do corpo moldado e especialmente do material poroso presente no corpo moldado. O corpo

moldado, de acordo com a invenção, é especialmente preferivelmente utilizado como catalisador em reações químicas, ou serve como material de suporte, sobre o qual são aplicados os respectivos componentes ativos adequados ao processo.

5 O processo refere-se não apenas a óxidos metálicos pirogênicos, tais como  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{TiO}_2$ , mas também compreende em geral óxidos metálicos do tipo  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{TiO}_2$ , embora sejam preferidos óxidos metálicos pirogênicos devido à sua distribuição fina.

Devido à elevada pureza do pó de partida e do processo de fabricação de elevada pureza, é possível uma dopagem seletiva de cada óxido metálico de elevada pureza cada outro óxido metálico de elevada pureza, sem que a pureza total exigida se perca desse modo. Um exemplo preferido é a fabricação de suportes de catalisador azídicos mediante dopagem de  $\text{SiO}_2$  pirogênico com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pirogênico. Através dessa dopagem são criados

10 centros de ácido de Lewis no  $\text{SiO}_2$ . Nesse sentido, podem ser produzidos a partir dos óxidos preferivelmente de elevada pureza  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{TiO}_2$ , óxidos mistos dopados, que são dopados com qualquer um dos óxidos de elevada pureza  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{TiO}_2$ . A pureza total descrita refere-se, neste caso, sempre ao componente principal. Se, por exemplo, for dopado

15  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{TiO}_2$ , então Si e O serão parte integrante principal. As impurezas são, portanto, os elementos carbono, fósforo, enxofre e todos os metais exceto Si, sendo que a soma de impurezas (todos os outros metais assim como carbono e fósforo e enxofre) é inferior a 400 ppm. Se, por exemplo,  $\text{SiO}_2$  pirogênico for misturado com ácido silícico de precipitação ou

20 Fused Silica, então neste caso Si e O deverão ser considerados como partes integrantes principais.

A elevada pureza dos corpos moldados não dopados, que se formaram, permite também a dopagem com outros agentes dopantes inorgânicos. Uma condição é que a soma de impurezas, ou seja, todos os elementos exceto Si e O, ser sempre inferior a 400 ppm, preferivelmente inferior

30 a 250 ppm, especialmente preferivelmente inferior a 100 ppm e totalmente especialmente preferivelmente inferior a 50 ppm. Como agentes dopantes

podem ser selecionados sais metálicos inorgânicos. Neste caso, pode se tratar de, por exemplo, haletos, óxidos, nitratos, nitretos, silicatos, carbinatos, boratos, aluminatos, molibdatos, tungstenatos, vanadatos, niobatos, tantalatos, titanatos, ou zirconatos. Como contra-íon a esses componentes inorgânicos, pode ser empregado a princípio cada espécie catiônica. Preferivelmente trata-se de um cátion do grupo dos íons alcalinos ou alcalinos-terrosos. É totalmente especialmente preferivelmente utilizado um cátion alcalino.

Em duas formas de concretização especiais  $\text{SiO}_2$  de elevada pureza é misturado a  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de elevada pureza ou  $\text{SiO}_2$  de elevada pureza com  $\text{TiO}_2$  de elevada pureza em quaisquer razões. Nesses casos, Si e Al ou Si e Ti valem como componentes principais. São consideradas como impurezas os elementos carbono, fósforo, enxofre e todos os metais exceto Si e Al, ou Si e Ti.

Mediante o uso de óxidos finamente divididos, formam-se corpos moldados com superfícies elevadas. As superfícies BET obtidas situam-se entre preferivelmente  $30 \text{ m}^2/\text{g}$  e  $500 \text{ m}^2/\text{g}$ , preferivelmente entre  $150 \text{ m}^2/\text{g}$  e  $450 \text{ m}^2/\text{g}$  e especialmente preferivelmente entre  $250 \text{ m}^2/\text{g}$  e  $400 \text{ m}^2/\text{g}$ . Os óxidos finamente divididos permitem além disso a fabricação de um corpo moldado com elevado volume de poros, que situa-se entre preferivelmente  $0,5 \text{ ml/g}$  e  $1,8 \text{ ml/g}$ , preferivelmente entre  $0,7 \text{ ml/g}$  e  $1,25 \text{ ml/g}$  e especialmente preferivelmente entre  $0,9 \text{ ml/g}$  e  $1,2 \text{ ml/g}$ .

Por meio de calcinação podem ser formados corpos moldados de poro fino a partir dos óxidos metálicos finamente divididos. A porcentagem de poros com um diâmetro entre  $10 \text{ nm}$  e  $20 \text{ nm}$  situa-se tipicamente em mais de 50%, preferivelmente em mais de 70% e especialmente preferivelmente em mais de 80%.

O corpo moldado apresenta já no estado secado, uma elevada estabilidade de forma e resistência superior e  $2 \text{ N/mm}^2$ , preferivelmente superior e  $10 \text{ N/mm}^2$ , em uma superfície BET de  $50 \text{ m}^2/\text{g}$  a  $500 \text{ m}^2/\text{g}$ , preferivelmente de  $250 \text{ m}^2/\text{g}$  a  $450 \text{ m}^2/\text{g}$ , com um volume de poros de  $0,7 \text{ ml/g}$  a  $1,8 \text{ ml/g}$ , preferivelmente de  $1 \text{ ml/g}$  a  $1,6 \text{ ml/g}$  e com uma porcentagem de

poros com diâmetros de 20 nm a 100 nm de pelo menos 20%, preferivelmente de pelo menos 50%, especialmente preferivelmente de pelo menos 75%. No estado calcinado a resistência é mais elevada, preferivelmente superior a 10 N/mm<sup>2</sup>, preferivelmente superior a 30 N/mm<sup>2</sup>, especialmente preferivelmente superior a 100 N/mm<sup>2</sup> com uma superfície BET de 30 m<sup>2</sup>/g a 400 m<sup>2</sup>/g, com um volume de poros de 0,5 ml/g a 1,5 ml/g, preferivelmente de 0,7 ml/g a 1,2 ml/g e com uma porcentagem de poros com diâmetros de 5 nm a 20 nm de pelo menos 50%, preferivelmente de pelo menos 75%, especialmente preferivelmente de 85%. Tanto no estado verde secado como também no estado calcinado está presente uma distribuição de poros monomodal.

Estabilidade de forma significa no sentido da invenção também que o suporte mostra em contato com gases ou líquidos, tais como água, por um período de pelo menos 48 horas, no máximo 0,5% em peso de ocorrências de desprendimentos. Isso é importante tanto para a impregnação do suporte com substância ativa como também para a aplicação em um reator químico. Desprendimentos podem provocar no caso de aplicação uma elevada perda de pressão no reator.

Os corpos moldados, de acordo com a invenção, se destacam pelo fato de eles serem fabricados sem a adição habitual de agentes auxiliares/aditivos, como por exemplo agentes auxiliares de extrusão, formadores de poros ou sois. Ao serem dispensadas substâncias auxiliares, mantém-se a elevada pureza química dos óxidos metálicos (por exemplo pirogênicos). O formato de suporte dos materiais não é decisivo para o método, de acordo com a invenção. Para a invenção também não é um fator decisivo se os componentes ativos serão adicionados antes da etapa de moldagem da massa pastosa, e portanto, se estão presentes mais ou menos finamente distribuídos sobre o material de suporte já imediatamente após a etapa de moldagem, ou se serão aplicados somente após o término definitivo do suporte de catalisadores em uma etapa de processo subsequente, por exemplo por meio de impregnação.

Um outro objeto da invenção é um suporte de catalisador, que é

um corpo moldado estável, livre de agentes ligantes e de elevada pureza, feito de óxidos metálicos. Esse corpo moldado serve como suporte para substâncias de ação catalítica. A substância cataliticamente ativa pode, neste caso, ser adicionada ou já durante a fabricação do corpo moldado, ou ser incorporada no corpo moldado somente após a fabricação do corpo moldado, por exemplo por impregnação.

Fazem parte das substâncias cataliticamente ativas, que podem ser suportadas pelo corpo moldado descrito nessa invenção, metais, tais como, Pd, Au, Pt, Ru, Rh, Re, Ni, Fe, Co, Cu, Mo, Sn e Ag, óxidos, como por exemplo  $V_2O_5$ ,  $MoO_3$ ,  $WO_3$ ,  $P_2O_5$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $Ta_2O_5$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $Cr_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ,  $CoO$ ,  $NiO$ ,  $MnO_2$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $Sb_2O_3$ ,  $SnO_2$ ,  $CeO_2$ ,  $CuO$ ,  $MgO$  e  $ZnO$ , zeólita, molibdato de bismuto,  $K_2S_2O_7$ , acetilida de cobre, complexos fosfínicos, complexos carbonílicos, halogenídeos, como por exemplo cloreto de cobre, cloreto de paládio, cloreto de alumínio,  $BF_3$ ,  $SbF_5$ , ácidos, tais como  $HF$ ,  $H_3PO_4$ ,  $CF_3SO_3H$ , Nafion, dióxido de zircônio sulfatado, ácidos polisulfônicos e heteropoliácidos tais como compostos orgânicos, como por exemplo enzimas, silanos, metilaluminoxano e metalloceno. Os catalisadores aqui relacionados podem ser suportados individualmente e na forma de misturas aleatórias de corpo moldado. O catalisador composto de material de suporte e substância ativa pode ser utilizado para diversas reações cataliticamente assistidas, especialmente no caso da síntese química. Isso diz respeito a reações, como por exemplo alquilações, isomerizações, polimerizações, hidrogenações, reações de oxidação, hidratações, síntese de Fischer-Tropsch e acetoxilações.

O corpo moldado, de acordo com a invenção, já pode ser aplicado no estado verde, ou seja apenas secado e não calcinado para reações catalíticas.

A superfície BET é preferivelmente determinada de acordo com a norma DIN-66131, com nitrogênio.

A distribuição de poros é preferivelmente determinada por meio de porosimetria ao mercúrio. A determinação do volume de poros é feita preferivelmente de acordo com a norma DIN 66134 (Langmuir,  $p/p_0 = 0,9995$ ). A

resistência é preferivelmente determinada com auxílio da máquina de teste universal Z 400 E com 1 kN de transdutor de força. As resistências indicadas nos exemplos foram medidas em corpos moldados na vertical e na horizontal. A resistência é referida á superfície de apoio do corpo moldado em mm<sup>2</sup> na medição. A determinação das funções viscoelásticas  $G'$  e  $G''$  e da viscosidade é feita preferivelmente sob utilização de um reômetro Haake RS600 com disposição placa-placa com um diâmetro d e placa de 35 mm e uma fenda de cisalhamento de 1,5 mm ou em uma outra forma de concretização de 2mm a 23o C. O esforço de cisalhamento é de 1 Pa. O ciclo de medição é: oscilação com 3.183 Hz e 120 s, rotação com 1000 giros em 30 segundos, oscilação com 3.183 Hz e 1000 segundos. O platô da segunda medição de oscilação é utilizado para a análise.

A porcentagem de desprendimentos é verificada preferivelmente por peinaramento. Ela se refere à porcentagem em peso que passa por uma peneira oscilante, com relação ao peso total da carga de corpo moldado selecionada. A superfície de penetração de peneira é neste caso de 80% da menor superfície de corpo moldado.

A medição do valor do pH das dispersões de óxido metálico, em modificação da norma DIN-787/9, não é feita em uma dispersão aquosa a 5% em peso, mas a 4% em peso.

A determinação das impurezas é feita preferivelmente de acordo com o método de análise ICP (Inductive Coupled Plasma, modelo do aparelho ICP-MS HP4500 ou ICP-AES Optima 3000). O limite de detecção do método é inferior a 1 ppb (ICP/MS) ou inferior a 0.5 ppm (ICP/AES).

A determinação da impureza por carbono é realizada preferivelmente no aparelho leco CS230 e Leco GC-TOF.

Tabela 1: impurezas dos óxidos metálicos pirogênicos em ppb, do suporte fabricado no exemplo respectivo (B1-B16) em ppm e dos suportes comparativos K1 (fabricados conforme documento US2004106835) ou K2 (fabricado conforme documento WO2006052688) em ppm, detectadas com ICP/MS (nw= não detectável, HB = componente principal).

Ex.	Cu	Fe	Ti	Al	Ca	Mg	Na	K	Ni	Cr	c	P	s
HDK	4	730	<i	62	66	134	19	9	167	235	nw	60	nw
HD-Khr	<1	25	2	31	64	11	11	5	2	2	nw	nw	nw
BI	0,01	1	0,03	0,3	0,3	0,2	0,2	0,1	0,3	0,3	nw	0,06	nw
B2	0,01	1	0,02	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,2	0,3	nw	0,06	nw
B3	0,03	2	0,05	0,3	0,4	0,3	0,3	0,2	0,5	0,3	nw	0,06	nw
B4	0,03	2	0,05	0,3	0,4	0,3	0,2	0,1	0,5	0,3	nw	0,06	nw
B5	0,01	0,3	0,01	0,1	0,1	0,04	0,1	0,02	0,08	0,02	nw	0,01	nw
B6	0,03	0,3	0,05	0,3	0,2	0,1	0,1	0,03	0,2	0,1	nw	0,02	nw
B7	0,1	8	1	60	2	1	5	0,5	1	1	10	0,5	0,5
B8	0,1	5	63	2	2	1	4	0,5	1	1	10	1	1
B9	0,1	5	5	3	4	1	5	1	1	1	10	0,4	1
BIO	0,04	3	0,07	0,5	0,5	0,4	0,5	0,2	0,8	0,4	5	0,1	0,7
BII	0,03	1	0,05	0,2	0,3	0,2	0,1	0,1	0,4	0,1	nw	0,05	nw
B13	0,1	10	0,1	1	5	2	6	0,5	2	1	40	1	2
B14	0,02	1	0,04	0,2	0,2	0,1	0,1	0,05	0,3	0,1	nw	0,06	nw
B15	0,03	2	0,05	0,3	0,4	0,3	74	2	0,5	0,3	nw	0,06	nw
B16	0,03	2	0,05	0,3	0,4	0,3	3	70	0,5	0,3	nw	0,06	nw
B17	0,1	10	2	HB	5	3	10	0,5	2	1	25	1	2
B18	0,1	5	HB	4	3	1	5	0,5	1	1	20	1	1
KI		10		100	95	55	147						
K2		40		200	900	150	900						
B19	0,03	4	0,05	1,1	1,2	0,3	49	4	0,5	0,3	nw	0,06	nw
B20	0,03	3	0,1	0,4	0,4	0,3	0,2	0,1	0,5	0,3	nw	0,06	nw
B21	0,03	4	0,05	2	0,5	0,3	0,4	0,2	0,5	0,3	nw	0,06	nw

Exemplos:

Exemplo 1:

5 Através do dispersador 300 g de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 300 m<sup>2</sup>/g) são bidestilados 1200 g. H<sub>2</sub>O é dispersado. A dispersão é dispersa posteriormente durante 30 minutos a uma velocidade circular dos discos dispersadores de 12 m/s. Através de uma célula de fluxo por ultrassom, modelo Hielsch UP400S (400 W, 24 kHz) a dispersão

resultante é dispersada sob utilização de um gerador de ultrassom feito de vidro de Quartz. A dispersão é conduzida para dentro do circuito, neste caso, por 20 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas. A uma velocidade de 100 U/min 4,5 g da solução NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação ainda por mais 10 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra: G'=60000, G''= 10000, pH=6,2.

A massa extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso peletes com um comprimento de 6 mm, um diâmetro de 6 mm – são secados por 24 horas a uma temperatura de 85 °C. Os corpos moldados, de acordo com a invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 290 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 11 N/mm<sup>2</sup>. Os valores de pureza correspondentes aparecem indicados na tabela 1.

#### Exemplo 2:

São colocados em um béquer de plástico de 4 litros 1155 g de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 345 g de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial de 14 m/s durante 40 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 7,5 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 5 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra: G'=200000, G''= 25000, pH=6.1.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste ca-

so peletes com um comprimento de 6 mm, um diâmetro de 6 mm – são se-  
cados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Os corpos molda-  
dos, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET)  
de 350 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. A resistência mecânica dos  
5 peletes é de 15 N/mm<sup>2</sup>. Os valores de pureza correspondentes aparecem  
indicados na tabela 1.

Exemplo 3:

A fabricação do suporte é análogo ao Exemplo 2. Em seguida o  
suporte é sinterizado ainda a 950°C. Os corpos moldados, de acordo com a  
10 invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 300 m<sup>2</sup>/g e um vo-  
lume de poros de 1,0 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 42  
N/mm<sup>2</sup>. Os valores de pureza correspondentes aparecem indicados na tabe-  
la 1.

Exemplo 4:

15 A fabricação do suporte é análogo ao Exemplo 2. Em seguida o  
suporte é sinterizado ainda a 1060°C. Os corpos moldados, de acordo com a  
invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 205 m<sup>2</sup>/g e um  
volume de poros de 0,75 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 261  
N/mm<sup>2</sup>. Os valores de pureza correspondentes aparecem indicados na tabe-  
20 la 1.

Exemplo 5:

São colocados em um béquer de plástico de 4 litros 1140 g de  
H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador feito de vidro de Quartzo  
360 g de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g, fabricada  
25 conforme Wa 10203 – de elevada pureza) são agitados a uma velocidade de  
800 U/min. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial de  
12 m/s dos discos dispersadores durante 40 minutos. A argila líquida é trans-  
ferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos  
com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 8,5 g da solução  
30 de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agita-  
ção por mais 3 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora  
de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amos-

tra:  $G'=120000$ ,  $G''= 20000$ ,  $pH=6.0$ .

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado de 6 mm. Os corpos moldados obtidos – neste caso peletes com um comprimento de 8 mm, um diâmetro de 6 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Os corpos moldados, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 340 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 16 N/mm<sup>2</sup>. Todas as etapas de fabricação transcorrem sob condições de sala limpa. Os valores de pureza correspondentes aparecem indicados na tabela 1.

Exemplo 6:

A fabricação do suporte é análoga ao exemplo B5. Em seguida, o suporte é sinterizado ainda a 950°C. Os corpos moldados, de acordo com a invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 310 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,0 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 49 N/mm<sup>2</sup>. Os valores de pureza correspondentes aparecem indicados na tabela 1.

Exemplo 7:

São colocados em um béquer de plástico de 60 litros 23,1 kg de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 6,9 kg de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial de 10 m/s durante 25 minutos. Neste caso, 0,5 g de óxido de alumínio do tipo Dispersal P2 (disponível comercialmente pelo fabricante Sasol) são colocados. Em seguida é feita uma agitação a uma velocidade circunferencial dos discos dispersadores de 12 m/s por 30 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 170 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 5 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia

e valor do pH de uma amostra:  $G'=270000$ ,  $G''= 30000$ ,  $pH=6.8$ .

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso peletes com um comprimento de 6 mm, um diâmetro de 6 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Os corpos moldados, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 330 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. Em seguida o suporte é sinterizado ainda a 1040o C. Os corpos moldados, de acordo com a invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 200 m<sup>2</sup>/g e um volume de poro de 0,85 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 113 N/mm<sup>2</sup>.

Exemplo 8:

São colocados em um béquer de plástico de 60 litros 23,1 kg de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 6,9 kg de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial de 10 m/s durante 25 minutos. Neste caso, 0,5 g de dióxido de titânio pirogênico (superfície BET 350 m<sup>2</sup>/g) são colocados. Em seguida é feita uma agitação a uma velocidade circunferencial dos discos dispersadores de 12 m/s por 30 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 140 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 5 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra:  $G'=230000$ ,  $G''= 27000$ ,  $pH=6,5$ .

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso peletes com um comprimento de 6 mm, um diâmetro de 6 mm e com um furo de 3 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Os corpos moldados, de acordo com a invenção apresentam uma super-

fície (superfície BET) de 340 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. Em seguida o suporte é sinterizado ainda a 9050 oC. Os corpos de suporte anulares, de acordo com a invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 300 m<sup>2</sup>/g e um volume de poro de 1,0 ml/g. A resistência mecânica dos anéis é de 28 N/mm<sup>2</sup>.

Exemplo 9:

São colocados em um béquer de plástico de 60 litros 23,1 kg de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 6,9 kg de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial de 10 m/s durante 25 minutos. Neste caso, 0,5 g de dióxido de titânio pirogênico (superfície BET 70 m<sup>2</sup>/g) são colocados. Em seguida é feita uma agitação a uma velocidade circunferencial dos discos dispersadores de 12 m/s por 30 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 120 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 5 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra: G'=240000, G''= 28000, pH=6,2.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso anéis com um comprimento de 6 mm, um diâmetro de 6 mm e com um furo de 3 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Os corpos de suporte anulares, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 310 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. Em seguida o suporte é sinterizado ainda a 950 oC. Os corpos de suporte anulares, de acordo com a invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 280 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,0 ml/g. A resistência mecânica dos anéis é de 30 N/mm<sup>2</sup>.

Exemplo 10:

São colocados em um béquer de plástico de 4 litros 1155 g de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 310 g de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma  
5 velocidade circunferencial de 10 m/s dos discos dispersadores durante 25 minutos. Neste caso, 35 g de ácido silícico de precipitação do tipo Sipernat 50S (comercialmente disponível pelo fabricante Degussa) são colocados. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial dos discos dispersadores de 10 m/s durante 30 minutos. A argila líquida é transferida  
10 para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 4,5 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 5 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra:  
15 G'=280000, G''= 31000, pH=6,6.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado de 6 mm. Os corpos moldados obtidos – neste caso peletes com um comprimento de 6 mm, um diâmetro de 6 mm –  
20 são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Os corpos moldados, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 380 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,2 ml/g. Em seguida, o suporte é ainda sinterizado a 1035 oC. Os corpos moldados, de acordo com a invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 230 m<sup>2</sup>/g e um volume  
25 de poros de 0,9 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 121 N/mm<sup>2</sup>.

#### Exemplo 11:

São colocados em um béquer de plástico de 4 litros 1155 g de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 330 g de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma  
30 velocidade circunferencial de 10 m/s dos discos dispersadores durante 25 minutos. Neste caso, 50 g de Fused Silica (tamanho de partícula 100 µm)

são colocados. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial dos discos dispersadores de 1000 m/s durante 20 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 6 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 5 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra: G'=130000, G''= 20000, pH=6,5.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado de 6 mm. Os corpos moldados obtidos – neste caso peletes com um comprimento de 8 mm, um diâmetro de 6 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Os corpos moldados, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 300 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 0,9 ml/g. Em seguida, o suporte é ainda sinterizado a 1050 oC. Os corpos moldados, de acordo com a invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 210 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 0,8 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 155 N/mm<sup>2</sup>.

#### Exemplo 12:

São colocados em um béquer de plástico de 60 litros 23,1 kg de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 45 kg de óxido de alumínio pirogênico (superfície BET 110 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial de 11 m/s durante 40 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 120 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 10 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra: G'=10000, G''= 800, pH=7,3.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no compri-

mento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso anéis com um comprimento de 5 mm, um diâmetro de 5 mm e com um furo de 2,5 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C e a uma umidade relativa do ar de 50%. Os corpos de suporte anulares, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 100 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 0,75 ml/g. A resistência mecânica dos anéis é de 9 N/mm<sup>2</sup>.

Exemplo 13:

Através do dispersador 300 g de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são bidestilados 1200 g. H<sub>2</sub>O é dispersado. A dispersão é dispersa posteriormente durante 30 minutos a uma velocidade circunferencial dos discos dispersadores de 12 m/s. Através de um moinho de esferas com mecanismo agitador com esferas de moagem de vidro de quartzo de 2mm, as partículas são moídas na dispersão resultante a uma velocidade angular de agitação de 8 m/s e um nível de preenchimento de esferas de moagem de 60% durante 4 horas. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas. A uma velocidade de 100 U/min 3,5 g da solução NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação ainda por mais 10 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra: G'=130000, G''= 23000, pH=6,2.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso peletes com um comprimento de 6 mm, um diâmetro de 6 mm – são secados por 24 horas a uma temperatura de 85 °C. Os corpos moldados, de acordo com a invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 330 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 22 N/mm<sup>2</sup>. Os valores de pureza correspondentes aparecem indicados na tabela 1.

Exemplo 14 :

Através do dispersador 300 g de dióxido de silício pirogênico

(superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são bidestilados 1200 g. H<sub>2</sub>O é dispersado. A dispersão é dispersa posteriormente durante 30 minutos a uma velocidade circunferencial dos discos dispersadores de 12 m/s. Através de um moinho a jato úmido modelo Ultimazer HJP-25050 as partículas são fragmentadas na dispersão resultante a uma pressão de 1000 bar. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas. A uma velocidade de 100 U/min 4,5 g da solução NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação ainda por mais 5 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra: G'=50000, G''= 10000, pH=6,2.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso peletes com um comprimento de 6 mm, um diâmetro de 6 mm – são secados por 24 horas a uma temperatura de 85 °C. Os corpos moldados, de acordo com a invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 370 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 17 N/mm<sup>2</sup>. Os valores de pureza correspondentes aparecem indicados na tabela 1.

#### 20 Exemplo 15:

São colocados em um béquer de plástico de 4 litros 1155 g de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 345 g de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial de 10 m/s durante 25 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 120 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 10 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra: G'=165000, G''= 25000, pH=5,7.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de

uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso anéis com um comprimento de 5 mm, um diâmetro de 5 mm e com um furo de 2,5 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Os corpos de suporte anulares, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 330 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. Em seguida o suporte é sinterizado ainda a 1020 oC. Os corpos de suporte anulares, de acordo com a invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 240 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 0,9 ml/g. A resistência mecânica dos anéis é de 45 N/mm<sup>2</sup>.

Exemplo 16:

São colocados em um béquer de plástico de 4 litros 1155 g de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 345 g de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 200 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial de 10 m/s durante 25 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 1 g da solução de KOH a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 10 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra: G'=155000, G''= 25000, pH=5,8.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso anéis com um comprimento de 5 mm, um diâmetro de 5 mm e com um furo de 2,5 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Os corpos de suporte anulares, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 190 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. Em seguida o suporte é sinterizado ainda a 1020 oC. Os corpos de suporte anulares, de acordo com a invenção, apresentam uma superfície (superfície BET) de 150 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 0,9 ml/g. A resistên-

cia mecânica dos anéis é de 39 N/mm<sup>2</sup>.

Exemplo 17:

São colocados em um béquer de plástico de 60 litros 23,1 kg de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 4,5 kg de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial de 10 m/s durante 25 minutos. Neste caso, 2,5 kg de óxido de alumínio pirogênico (superfície BET 200 m<sup>2</sup>/g) são colocados. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial dos discos dispersadores de 12 m/s durante 30 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 180 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 5 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra: G'=350000, G''= 80000, pH=7,0.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso anéis com um comprimento de 6 mm, um diâmetro externo de 6 mm e um diâmetro interno de 2,5 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C e a uma umidade relativa do ar de 50%. Os corpos de suporte anulares, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 260 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. Em seguida o suporte é sinterizado ainda a 950o C. Os corpos moldados de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 200 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,0 ml/g. A resistência mecânica dos anéis é de 58 N/mm<sup>2</sup>.

Exemplo 18:

São colocados em um béquer de plástico de 60 litros 23,1 kg de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 5 kg de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 300 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma

velocidade circunferencial de 10 m/s durante 25 minutos. Neste caso, 2,5 kg de dióxido de titânio pirogênico (superfície BET 300 m<sup>2</sup>/g) são colocados. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial dos discos dispersadores de 12 m/s durante 30 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 155 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 5 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra:

5  
10 G'=230000, G''= 27000, pH=5,9.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso anéis com um comprimento de 6 mm, um diâmetro externo de 6 mm e um furo de 2,5 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C e a uma umidade relativa do ar de 50%. Os corpos de suporte anulares, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 250 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,1 ml/g. Em seguida o suporte é sinterizado ainda a 950o C. Os corpos moldados de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 210 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 1,0 ml/g. A resistência mecânica dos anéis é de 54 N/mm<sup>2</sup>.

15  
20

#### Exemplo 19:

São colocados em um béquer de plástico de 4 litros 1155 g de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 345 g de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial de 14 m/s dos discos dispersadores durante 40 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 8,5 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. O valor do pH da massa resultante é de pH=6,4. Em seguida são colocados 45 mg de Na<sub>2</sub> SiO<sub>3</sub>. Após realizada adição é feita agitação por mais 5 minutos.

25  
30

Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra:  $G'=320000$ ,  $G''=35000$ .

5 A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso peletes com um comprimento de 6 mm, um diâmetro de 6 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Em seguida o corpo moldado é sinterizado ainda 850o C. Os corpos moldados, de acordo com a  
10 invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 205 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 0,75 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 35 N/mm<sup>2</sup>. Os valores de pureza correspondentes aparecem indicados na tabela 1.

Exemplo 20:

15 São colocados em um béquer de plástico de 4 litros 1155 g de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 345 g de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma  
20 velocidade circunferencial de 10 m/s dos discos dispersadores durante 40 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 12 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 5 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos  
25 reologia e valor do pH de uma amostra:  $G'=120000$ ,  $G''=15000$ , pH= 9,5.

A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso peletes com um comprimento de 6 mm, um diâmetro de 6 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Em seguida o suporte é sinterizado ainda 1000o C. Os corpos moldados, de acordo com a  
30 invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 203 m<sup>2</sup>/g e um vo-

lume de poros de 0,76 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 33 N/mm<sup>2</sup>. Os valores de pureza correspondentes aparecem indicados na tabela 1.

Exemplo 21:

5 São colocados em um béquer de plástico de 4 litros 1155 g de H<sub>2</sub>O destilados. Através de um disco dispersador revestido de material plástico 345 g de dióxido de silício pirogênico (superfície BET 400 m<sup>2</sup>/g) são agitados a uma velocidade de 1000 U/min. Em seguida é feita agitação a uma velocidade circunferencial de 10 m/s dos discos dispersadores durante 40 minutos. A argila líquida é transferida para um misturador planetário com 2 agitadores de paletas revestidos com material plástico. A uma velocidade de 100 U/minutos 10,0 g da solução de NH<sub>3</sub> a 1% são adicionados em gotas. Após realizada adição é feita agitação por mais 5 minutos. Em seguida a mistura é colocada em uma extrusora de pistão. Paralelamente são medidos reologia e valor do pH de uma amostra: G'=150000, G''= 21000, pH= 8,5.

15 A massa é extrudada em uma extrusora de pistão através de uma matriz adequada formando as formas desejadas e cortada no comprimento desejado do corpo moldado. Os corpos moldados obtidos – neste caso peletes com um comprimento de 6 mm, um diâmetro de 6 mm – são secados durante 24 minutos a uma temperatura de 85 °C. Em seguida o suporte é sinterizado ainda 1000o C. Os corpos moldados, de acordo com a invenção apresentam uma superfície (superfície BET) de 203 m<sup>2</sup>/g e um volume de poros de 0,76 ml/g. A resistência mecânica dos peletes é de 73 N/mm<sup>2</sup>. Os valores de pureza correspondentes aparecem indicados na tabela 1.

## REIVINDICAÇÕES

1. Corpo moldado estável, livre de agente ligante, de elevada pureza, feito de um ou vários óxidos metálicos, caracterizado pelo fato de a resistência à compressão ser de pelo menos  $2 \text{ N/mm}^2$  e a porcentagem de desprendimentos na presença de líquidos ou gases ser inferior a 5% em peso.

2. Corpo moldado, estável, livre de agente ligante, de elevada pureza feito de um ou vários óxidos metálicos, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o corpo moldado apresentar uma soma de impurezas (todos os outros metais assim como material plástico e fósforo e enxofre) inferior a 400 ppm.

3. Corpo moldado, estável, livre de agente ligante, de elevada pureza, feito de óxidos metálicos, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de o óxido metálico ser óxido metálico pirogênico.

4. Corpo moldado estável, livre de agente ligante, de elevada pureza, feito de óxidos metálicos, de acordo com um ou várias das reivindicações de 1 a 3, caracterizado pelo fato de o óxido metálico ser dióxido de silício pirogênico.

5. Corpo moldado estável, livre de agente ligante, de elevada pureza feito de óxidos metálicos, de acordo com uma das reivindicações de 1 a 4, caracterizado pelo fato de o óxido metálico apresentar uma forma de um óxido misto



6. Corpo moldado estável, livre de agente ligante, de elevada pureza, feito de um óxido metálico, de acordo com uma das reivindicações de 1 a 5, caracterizado pelo fato de a superfície BET do corpo moldado situar-se entre

$$30 \text{ m}^2/\text{g} \text{ e } 500 \text{ m}^2/\text{g}.$$

7. Corpo moldado estável, livre de agente ligante, de elevada pureza feito de óxido metálico, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de a superfície BET do corpo moldado situar-se entre  $50 \text{ m}^2/\text{g}$  e  $500 \text{ m}^2/\text{g}$  e a resistência ser de pelo menos  $2 \text{ N/mm}^2$ .

8. Corpo moldado, livre de agente ligante, de elevada pureza, feito de um óxido metálico, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de a superfície BET do corpo moldado situar-se entre  $30 \text{ m}^2/\text{g}$  e  $400 \text{ m}^2/\text{g}$  e a resistência à compressão ser de pelo menos  $10 \text{ N}/\text{mm}^2$ .

5 9. Método para a fabricação de corpos moldados feitos de um ou vários óxidos metálicos, caracterizado pelo fato de pelo menos um óxido metálico ser previamente dispersado em água e em seguida finamente dispersado, e essa dispersão ser submetida a uma alteração do valor do pH e então ser feita uma moldagem e uma secagem subsequente.

10 10. Método para a fabricação de corpos moldados, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de a dispersão apresentar um valor de pH de 5,0 a 10,0.

15 11. Método para a fabricação de corpos moldados, de acordo com a reivindicação 9 ou 10, caracterizado pelo fato de o óxido metálico ser um óxido metálico pirogênico.

12. Método para a fabricação de corpos moldados, de acordo com uma ou várias das reivindicações de 9 a 11, caracterizado pelo fato de o óxido metálico ser dióxido de silício pirogênico.

20 13. Método para a fabricação de corpos moldados, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de a dispersão apresentar um valor de pH de 5,5 a 10,0.

25 14. Método para a fabricação de corpos moldados, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 9 a 12, caracterizado pelo fato de o óxido metálico estar presente na forma de um óxido misto  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  ou  $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$  vorliegt.

30 15. Método para a fabricação de corpos moldados, de acordo com uma ou várias das reivindicações de 9 a 14, caracterizado pelo fato de após a coagulação o módulo elástico  $G'$  ser superior a  $10000 \text{ Pa}$ , o quociente de módulo de perda  $G''/G'$  ser inferior a 1 e o módulo elástico, após um período de armazenagem de 1 semana, ser superior a 70% do valor inicial.

16. Método para a fabricação de corpos moldados, de acordo

com uma ou várias das reivindicações de 9 a 15, caracterizado pelo fato de após a secagem ser feita uma calcinação.

5 17. Método para a fabricação de corpos moldados, feitos de um ou vários óxidos metálicos, de acordo com uma ou várias das reivindicações de 1 a 16, caracterizado pelo fato de a soma de impurezas (todos os outros metais assim como material plástico e fósforo e enxofre) no corpo moldado ser inferior a 400 ppm.

10 18. Suporte de catalisador, caracterizado pelo fato de de ele ser um corpo moldado estável, livre de agente ligante, de elevada pureza feito de um óxido metálico, conforme definido em uma das reivindicações de 1 a 8, ou fabricado conforme definido em uma das reivindicações de 8 a 17.

## RESUMO

Patente de Invenção: **"MÉTODO PARA A FABRICAÇÃO DE CORPOS MOLDADOS DE ELEVADA PUREZA, ESTAVÉIS E LIVRES DE LIGANTES, FEITOS DE ÓXIDOS METÁLICOS, ESPECIALMENTE ÓXIDOS METÁLICOS PIROGÊNICOS, E SEU USO"**.

A presente invenção refere-se a um corpo moldado estável, livre de agente ligante, de elevada pureza de elevada pureza feito de um ou vários óxidos metálicos, caracterizado pelo fato de a resistência à compressão ser de pelo menos  $2\text{N/mm}^2$  e a porcentagem de desprendimentos na presença de líquidos ou gases ser inferior a 5% em peso.